

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 772 634

(21) N° d'enregistrement national : 97 16273

(51) Int Cl<sup>6</sup> : B 01 D 15/02, C 07 C 15/08, 7/12

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 22.12.97.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE  
— FR.

(43) Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 25.06.99 Bulletin 99/25.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : Se reporter à la fin du  
présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

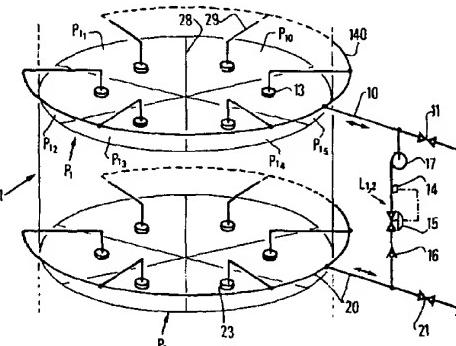
(72) Inventeur(s) : HOTIER GERARD, RENARD  
PIERRE, PUCCI ANNICK et PAVONE DIDIER.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) :

(54) PROCEDE ET DISPOSITIF D'AMELIORATION DE LA PURETE D'UN PRODUIT EN LIT MOBILE SIMULE.

(57) Le dispositif comprend au moins une colonne 1 rem-  
plie d'une pluralité de lits A<sub>i</sub> séparés par un plateau distribu-  
teur P<sub>1</sub> de fluide. Chaque plateau est divisé en une pluralité  
de secteurs P<sub>10</sub>, P<sub>11</sub> et chaque secteur comprend au moins  
une chambre 13 de distribution de fluide percée d'orifices et  
un espace de circulation 8 au voisinage des orifices. Les  
chambres du plateau sont connectées à une ligne de trans-  
fert 10 vers l'extérieur. La ligne de transfert 10 relative aux  
chambres sur un plateau P<sub>i</sub> est reliée à une autre ligne de  
transfert 20 relative aux chambres 23 sur un autre plateau  
(P<sub>i+1</sub> ou P<sub>i+2</sub>) disposé en aval par une ligne de dérivation  
L<sub>1,2</sub>. Celle-ci comporte des moyens 14, 15, 16 de contrôle  
et d'ajustement du débit de fluide y circulant de telle sorte  
que les chambres de distribution sont balayées par un fluide  
qui a sensiblement la même composition que celle du fluide  
circulant à travers l'espace de circulation 8 au niveau de  
chacune des chambres.



FR 2 772 634 - A1



L'invention concerne un dispositif pour améliorer la pureté d'au moins un constituant dans un mélange circulant à travers un adsorbant solide ou un catalyseur solide ainsi que le procédé permettant son fonctionnement.

Elle concerne particulièrement un procédé de séparation de paraxylène en  
5 lit mobile simulé dans un mélange de xylènes et d'éthylbenzène en contenant, en vue de la synthèse d'acide téraphthalique, un intermédiaire pétrochimique dans la fabrication des textiles.

Les réacteurs ou adsorbeurs utilisés de nos jours sont de plus en plus volumineux pour traiter une demande en produit recherché de plus en plus  
10 grande.

Par ailleurs, le produit recherché doit atteindre une pureté dépassant 99,5 % qui n'est pas a priori compatible avec le volume de la charge à traiter et donc avec de très grandes capacités de réacteur.

L'arrière plan technologique illustrant la mise en œuvre d'un dispositif  
15 d'adsorption à contre-courant simulé est décrit dans le brevet US 2 985 589.

Ce dispositif comprend au moins une colonne cylindrique contenant une masse de solide globalement cylindrique et de section sensiblement annulaire.

Un fluide principal introduit par une pompe s'écoule à travers le lit de solide le long de l'axe central de la colonne, selon un écoulement que l'on souhaite  
20 qualifier d'écoulement de type piston (plug flow). En d'autres termes, le fluide doit avoir une composition et un front d'écoulement uniformes en tous points de la section de la colonne.

Un dispositif comme celui décrit dans les brevets US 3 214 247 et US 4 378 292 incorporés comme référence permet d'atteindre cet objectif. Il  
25 comprend généralement une pluralité de lits d'un adsorbant, alimentés par une pluralité de plateaux distributeurs, chaque lit étant supporté par une grille supérieure sensiblement perpendiculaire à l'axe du réacteur, et permettant l'écoulement du fluide. Chaque plateau est divisé en secteurs et chaque segment de plateau distributeur comporte deux déflecteurs non perforés, plats  
30 ou globalement effilés (d'épaisseur variable) disposés sur un même plan horizontal, entre lesquels on dispose un espace de circulation du fluide. Une grille inférieure sous les déflecteurs permet de répartir uniformément le fluide dans le lit inférieur d'adsorbant.

Au niveau de chaque plateau distribution, au moins quatre lignes de  
35 transfert de fluides secondaires (ligne d'injection de charge, ligne d'injection de désorbant, ligne de soutirage d'un extrait et ligne de soutirage d'un raffinat)

comportant un jeu de vannes sont connectés à des moyens de permutation de ce jeu de vannes.

Les injections et soutirages de ces fluides sont réalisés entre certains lits qui définissent des zones et l'on déplace à espace de temps régulier appelé

- 5 période T les points d'introduction et de soutirage délimitant les zones de l'intervalle entre les lits ( $c_k$ ) et ( $c_{k+1}$ ) à l'intervalle entre les lits ( $c_{k+1}$ ) et ( $c_{k+2}$ ).

Si  $n$  est le nombre de lits,  $n \times T$  définit le temps de cycle.

Une pompe de recyclage recycle le fluide de l'extrémité basse de la colonne vers l'extrémité haute de la colonne.

- 10 Les fluides secondaires (charge ou désorbant) sont introduits ou soutirés (extrait, raffinat) dans ou depuis l'espace de circulation par l'intermédiaire d'une chambre d'introduction ou de soutirage percée d'orifices.

Chaque plateau distributeur peut être divisé en secteurs. Selon le brevet US 3 789 989, chaque secteur de plateau, délimité par des parois radiales,

- 15 comporte une chambre d'introduction ou de soutirage du fluide secondaire.

Dans le cas où le plateau distributeur de chaque secteur ne comporte qu'une seule chambre, chaque chambre d'un secteur donné est connectée par un conduit à une ligne unique d'alimentation ou de soutirage reliée à l'extérieur de la colonne.

- 20 Selon la demande de brevet EP-A-769316, chaque fluide secondaire est introduit ou soutiré au moyen de sa propre chambre d'introduction ou de soutirage qui dispose d'une pluralité d'orifices en regard de l'espace de circulation. Les parois supérieure et inférieure de ces chambres constituent les déflecteurs mentionnés précédemment. Donc, lorsque le plateau distributeur de 25 chaque secteur comporte plusieurs chambres, chaque chambre d'un secteur de lit est connectée par un conduit à une ligne destinée à ne recevoir qu'un seul fluide soit pour alimenter la chambre appropriée au désorbant ou en charge soit pour soutirer de la chambre appropriée le raffinat ou l'extrait. Ainsi, par exemple, si chaque secteur comporte quatre chambres, une destinée à la charge, la deuxième au désorbant, la troisième au raffinat et la quatrième à l'extrait, la chambre CF du secteur déterminé recevant la charge F sera reliée à une ligne recevant tous les conduits des différentes chambres CF relatives à un même lit d'adsorbant.

- 30 35 Dans une unité de séparation de paraxylène fonctionnant en lit mobile simulé, et comportant deux adsorbeurs disposés en série de douze lits de tamis

chacun, on a constaté une déformation (ou traînée) des profils de concentration longitudinale se traduisant par un manque de performance par rapport à la performance idéale espérée.

En particulier, la traînée de la concentration en impuretés au niveau du soutirage de l'extrait se traduit par une baisse significative de la pureté de l'extrait (inférieure à 99%) par rapport à la pureté espérée (supérieure à 99,5%).

L'analyse du problème effectuée sur l'unité de séparation a montré que ces déformations (ou traînées) des profils de concentration longitudinale étaient dues à des circulations parasites à travers chacune des chambres de distribution disposées sur les secteurs de chaque plateau et ceci pendant les périodes où il n'y a ni introduction ni soutirage de fluide à travers la chambre concernée.

Il s'agit en particulier de pleurage, c'est-à-dire d'échange de matière dû à des turbulences au niveau des orifices des chambres de distribution entre le fluide principal qui circule dans l'espace de circulation et le fluide contenu dans les chambres. Ce phénomène est connu pour engendrer des faibles traînées.

Il s'agit également surtout de recirculation d'une chambre de distribution d'un secteur de plateau vers la chambre similaire d'un autre secteur du même plateau, via la tuyauterie d'interconnexion reliant ces chambres entre elles et à la ligne de transfert vers l'extérieur de l'adsorbeur.

Cette recirculation est due aux faibles différences de pression existantes entre les secteurs d'un même plateau. En théorie, cette pression devrait être la même partout sur un même plateau. En pratique, de faibles différences existent en raison d'imperfections diverses comme les imperfections d'écoulement du fluide principal à travers les lits d'adsorbant, et ceci induit, pendant les périodes où il n'y a ni introduction, ni soutirage de fluide secondaire dans une chambre, une recirculation d'une partie du fluide principal prélevé au niveau de l'espace de circulation d'un secteur où la pression est plus élevée, vers l'espace de circulation d'un secteur où la pression est plus basse et ceci via les orifices des chambres concernées.

La partie de fluide principal recirculé entre dans une des chambres en traversant les orifices de la chambre concernée appartenant au secteur de pression plus élevée.

Cette partie de fluide chemine ensuite vers la chambre similaire appartenant au secteur de pression moins élevée via la tuyauterie d'interconnexion reliant ces chambres entre elles.

Enfin, cette partie de fluide rejoint le fluide principal dans l'espace de circulation du secteur de pression moins élevée, en traversant les orifices de la chambre de ce secteur.

Le débit de recirculation entre deux secteurs d'un même plateau est fonction des différences de pressions existantes entre ces deux secteurs, ainsi que de la taille des orifices des chambres des secteurs concernés.

Le temps de résidence du fluide recirculant ainsi d'une chambre d'un secteur vers la chambre correspondante d'un autre secteur est lui-même fonction du volume des chambres de départ et d'arrivée, du volume de tuyauterie qui les connecte et du débit de recirculation entre ces chambres.

Si le plateau comporte de multiples secteurs il y aura une recirculation générale combinée depuis les secteurs où la pression est la plus élevée vers les secteurs où la pression est la moins élevée, cette recirculation s'effectuant avec un temps de résidence global moyen TR.

Dans cette unité fonctionnant en lit mobile simulé, la composition du fluide principal au niveau d'un plateau évolue constamment en fonction du temps. Ceci est dû à l'avancement du profil de concentration longitudinale qui se déplace sous l'action de la circulation du fluide principal.

Compte tenu de la recirculation parasite observée, il s'ensuit que sur un plateau pris à un instant donné, il arrive d'une part, le fluide principal qui a une composition donnée, et d'autre part, la partie du fluide principal recirculé depuis une partie des secteurs vers les autres secteurs de ce même plateau, qui a une composition correspondant à celle que le fluide principal avait un moment auparavant, le décalage de temps étant égal au temps de résidence TR de la partie de fluide recirculée.

Tout se passe donc comme si une partie du fluide principal arrivait sur chaque plateau avec un certain retard égal au temps de résidence TR.

Le mélange de cette partie de fluide recirculé avec retard, avec le fluide principal modifie la composition globale du fluide combiné et provoque donc un rétromélange systématique au niveau de chaque plateau. Ceci induit une déformation, ou trainée, des profils de concentration longitudinale, et se traduit par une perte de performance telle que la baisse de pureté de l'extrait qui peut atteindre, par exemple, jusqu'à un point.

Pour éviter ce problème, on pourrait envisager la suppression de la circulation des fluides dans les chambres par des clapets anti-retour disposés sur les lignes d'accès aux chambres ou des volets sur chaque trou de la

chambre ou sur chaque conduit mais cette solution s'avère impraticable puisque le fluide dans le cas d'une chambre unique peut circuler dans un sens ou dans l'autre. De plus, ces clapets peuvent poser des problèmes de maintenance insolubles en raison de leur inaccessibilité.

5

L'objet de l'invention est de remédier aux inconvénients de l'art antérieur.

Un autre objet est d'améliorer la pureté du produit recherché et notamment dans le cas de réacteurs ou adsorbeurs de très grand diamètre.

- 10 Plus précisément, l'invention concerne un procédé de séparation chromatographique d'une charge dans un dispositif en lit mobile simulé comprenant au moins une colonne remplie d'un adsorbant, la colonne comprenant une pluralité de lits (A<sub>1</sub> à A<sub>n</sub>) d'adsorbant, un plateau distributeur de fluide entre chaque lit, chaque plateau distributeur étant divisé en une  
15 pluralité de secteurs, chaque secteur de plateau distributeur comprenant au moins une chambre de distribution percée d'orifices et un espace de circulation de fluide au voisinage des dits orifices de la chambre, la dite chambre étant connectée à une ligne de transfert s'étendant entre la chambre et un point situé à l'extérieur de la colonne, on effectue durant une période T du cycle, une  
20 injection de la charge, un soutirage d'un raffinat, une injection de désorbant et un soutirage d'un extrait dans et depuis une chambre de distribution appartenant à des plateaux différents, le procédé étant caractérisé en ce qu'on fait circuler en permanence à un débit approprié un volume de fluide circulant dans la colonne dans une ligne de dérivation reliant les chambres d'un plateau  
25 distributeur P<sub>i</sub> vers les chambres d'un autre plateau distributeur en aval P<sub>i+j</sub>, distant d'au moins un lit, pendant au moins une période T du cycle, la période T correspondant au temps de circulation du fluide dans un lit d'adsorbant, les dites chambres de distribution ne recevant pendant la dite période ni l'injection de charge de désorbant ni le soutirage d'un raffinat ou d'un extrait, le débit de  
30 fluide circulant dans la ligne de dérivation et dans les chambres étant ajusté de telle façon qu'on balaie les dites chambres de circulation par un fluide ayant sensiblement la même composition que celle du fluide circulant à travers l'espace de circulation au niveau de chacune des chambres des plateaux P<sub>i</sub> et P<sub>i+j</sub>.

La position du plateau situé en aval est définie par rapport à la direction de l'avancement des points de soutirage et d'introduction lors des séquences de permutations.

- 5 En opérant selon le procédé, on évite toute stagnation de fluide résiduel dans les chambres de distribution. La chambre de distribution de laquelle du fluide (le fluide principal dit pump around) est aspiré, voit circuler un fluide dont la composition est sensiblement celle du fluide qui traverse au même instant l'espace de circulation dans le plateau distributeur qui relie un lit d'adsorbant à  
10 un autre lit d'adsorbant.

De même, la chambre de circulation dans laquelle du fluide est introduit via la ligne de dérivation voit circuler un fluide dont la composition est sensiblement celle qui traverse au même instant le dit espace de circulation.

- On a observé dans ces conditions que l'on obtenait une pureté au niveau  
15 du produit recherché, par exemple du paraxylène, très intéressante (plus de 99,8%) et un rendement supérieur à 95%, de manière simple et avec suppression de la perturbation affectant le profil de concentrations s'écoulant dans les lits d'adsorbant.

- 20 Selon une caractéristique du procédé, les chambres de plateaux distributeurs reliées par la ligne de dérivation sont séparées par un lit d'adsorbant. Dans ce cas, le débit de fluide circulant dans la ligne de dérivation est habituellement sensiblement le quotient du volume disponible dans les chambres de distribution et la ligne de dérivation entre les parties de lignes de  
25 transfert entre deux plateaux successifs chambres divisé par la période du cycle.

- Selon une autre caractéristique, elles peuvent être séparées par deux lits d'adsorbants, la ligne de dérivation étant connectée entre le plateau  $P_i$  et le  
30 plateau  $P_{i+2}$ , en aval. Dans ce cas précis, le débit de fluide est diminué puisqu'on prend en compte la longueur de la ligne de dérivation et surtout la durée de circulation correspondant à deux périodes.

- En faisant circuler le fluide entre deux plateaux distants de deux lits, on dispose de plus d'une perte de charge plus élevée qui impose avec plus de  
35 sécurité le sens de circulation du fluide dans la ligne de dérivation.

Des moyens de contrôle et d'ajustement du débit de fluide circulant dans les chambres et la ligne de dérivation sont disposés sur celle-ci.

Un clapet anti-retour disposé sur cette ligne de dérivation en aval des dits moyens interdit tout retour de liquide vers l'amont.

- 5        Une pompe reliant les deux chambres et disposée sur la dite ligne en amont de ces moyens de contrôle et d'ajustement peut faciliter la circulation du fluide dans cette ligne.

- On peut accepter une tolérance de  $\pm 50\%$  autour de la valeur calculée du  
 10 débit, avantageusement  $\pm 25\%$  et de préférence  $\pm 15\%$ , sans que les performances, c'est-à-dire la pureté du produit recherché, exprimées en fonction du débit de fluide de dérivation ne soient substantiellement affectées.

- Le plateau distributeur ne peut comporter qu'une seule chambre de  
 15 distribution. Selon une première variante du procédé, on peut annuler, pendant une période le débit du fluide circulant dans la ligne de dérivation entre les plateaux de distribution ( $P_i$  et  $P_{i+1}$ ), lorsque les chambres concernées du plateau distributeur  $P_i$  reçoivent l'injection de charge ou de désorbant ou de tout autre fluide (flush-in de rinçage) ou le soutirage de raffinat ou d'extrait ou de  
 20 tout autre fluide (flush out).

- Selon une deuxième variante du procédé, durant la période de soutirage d'un extrait ou d'un raffinat, sur un plateau distributeur donné ne comportant qu'une seule chambre par secteur, on soutire l'extrait ou le raffinat du plateau  $P_i$ , le débit de dérivation étant annulé (par le clapet anti-retour) et durant  
 25 la période suivante, on soutire de l'extrait ou du raffinat du plateau  $P_{i+1}$  et du plateau  $P_i$ , la circulation de fluide dans la ligne de dérivation étant rétablie.

- Durant la période d'injection de charge ou de désorbant, on peut introduire une partie de la charge ou du désorbant dans un plateau approprié  $P_i$  via la ligne de dérivation et durant la période suivante, on envoie la totalité de la  
 30 charge dans le plateau distributeur suivant  $P_{i+1}$ , le débit de dérivation étant annulé (par le clapet anti-retour).

- Le plateau distributeur peut comporter par secteur deux, trois ou quatre chambres de distribution, avantageusement deux, car le débit de fluide circulant  
 35 dans tous les lits d'une même zone est sensiblement maintenu constant.

Dans le cas où il en comporte deux, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait ou de raffinat et une seconde destinée à recevoir une introduction de charge ou de désorbant et dans lequel, en dehors des périodes de soutirages d'extrait et de raffinat et d'introduction de charge et de désorbant  
5 sur les dites chambres, on soutire le fluide des premières chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire, grâce à la ligne de dérivation, dans les deuxièmes chambres du plateau distributeur  $P_{i+1}$ .

Pendant la période de soutirage de l'extrait ou du raffinat, on peut soutirer de l'extrait ou du raffinat des premières chambres, d'un plateau  $P_i$ , on annule le  
10 débit de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  et on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  du fluide provenant des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.

Selon une autre variante d'un plateau distributeur à deux chambres par secteur, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait, une seconde destinée à recevoir une introduction de charge ou de désorbant ou un soutirage de raffinat, en dehors des périodes de soutirage d'extrait et de raffinat et d'introduction de charge et de désorbant sur les dites chambres, on peut soutirer le fluide des premières chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire grâce à la ligne de dérivation, dans les deuxièmes chambres du  
15 plateau distributeur  $P_{i+1}$ .

Pendant une période du cycle, on peut soutirer de l'extrait des premières chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  et on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  du fluide provenant des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.  
20

Pendant une période du cycle, on peut soutirer du raffinat des deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on soutire du fluide des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$ , via la ligne de dérivation entre les plateaux  $P_{i-1}$  et  $P_i$  et on introduit du fluide provenant des premières chambres du plateau  $P_i$  dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation entre les plateaux  $P_i$  et  $P_{i+1}$ .  
25

Pendant une période du cycle, on peut introduire de l'extérieur de la colonne de la charge ou du désorbant dans les deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$ , et on soutire des premières chambres du plateau  $P_i$  du fluide que l'on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation.  
30  
35

Lorsque le plateau distributeur comprend quatre chambres de distribution par secteur, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait, une deuxième destinée à recevoir un soutirage de raffinat, une troisième destinée à recevoir une introduction de désorbant et une quatrième destinée à recevoir

- 5 une introduction de charge, on peut soutirer le fluide des premières chambres et des deuxièmes chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire respectivement dans les troisièmes et les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  en dehors des périodes de soutirage d'extrait ou de raffinat et d'introduction de désorbant ou de charge sur le dit plateau  $P_i$ .

- 10 Durant une période du cycle, on peut soutirer de l'extrait des premières chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les troisièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ , les troisièmes et les quatrièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant respectivement du fluide des premières et des deuxièmes chambres du plateau précédent  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation et les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant du fluide alimentant les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation correspondante.
- 15

- Durant une période du cycle, on peut soutirer du raffinat des deuxièmes chambres d'un plateau distributeur  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ , les troisièmes et les quatrièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant respectivement du fluide des premières et des deuxièmes chambres du plateau précédent  $P_{i-1}$ , via la ligne de dérivation et les premières chambres du plateau  $P_i$  recevant du fluide alimentant les troisièmes chambres du plateau suivant  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation correspondante.
- 25

- Durant une période du cycle, on peut introduire de l'extérieur de la colonne, du désorbant dans les troisièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les troisièmes chambres du plateau  $P_i$ , les premières et deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant du fluide alimentant respectivement les troisièmes et quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation et les quatrièmes chambres du plateau suivant  $P_i$  recevant du fluide des deuxièmes chambres du plateau précédent  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation correspondante.
- 30

- Durant une période du cycle, on peut introduire de l'extérieur de la colonne, de la charge dans les quatrièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les quatrièmes chambres, les
- 35

premières et deuxièmes chambres du plateau distributeur  $P_i$ ; alimentant respectivement les troisièmes et quatrièmes chambres du plateau suivant  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation et les troisièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant du fluide des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.

5

L'invention concerne aussi le dispositif pour la mise en œuvre du procédé. Plus précisément, elle concerne un dispositif de séparation chromatographique d'une charge en lit mobile simulé comprenant au moins une colonne remplie d'un adsorbant, la colonne comprenant une pluralité de lits, un plateau 10 distributeur  $P_i$  de fluide entre chaque lit, chaque plateau distributeur étant divisé en une pluralité de secteurs de plateaux distributeurs, chaque secteur de plateau distributeur comprenant au moins une chambre de distribution percée d'orifices et un espace de circulation de fluide au voisinage des dits orifices de la chambre, la dite chambre étant connectée à une ligne de transfert s'étendant 15 entre la chambre et un point situé à l'extérieur de la colonne, le dispositif étant caractérisé en ce que la ligne de transfert relative aux chambres de distribution d'un plateau  $P_i$  est reliée par une ligne de dérivation (bypass) à la ligne de transfert relative aux chambres de distribution d'un autre plateau  $P_{i+j}$  disposé en aval (par rapport au sens d'avancement des permutations des lignes de 20 transfert) et en ce que la ligne de dérivation comporte des moyens de contrôle et d'ajustement du débit de fluide y circulant, de telle sorte que les chambres de distribution soient balayées par un fluide qui a sensiblement la même composition que celle du fluide circulant à travers l'espace de circulation au niveau de chacune des chambres.

25

Les moyens de contrôle et d'ajustement du débit de fluide comportent en général un clapet anti-retour ou tout autre moyen équivalent.

Ces moyens comprennent un moyen de mesure de débit de fluide circulant dans la ligne de dérivation et une vanne de réglage de débit, éventuellement asservie au moyen de mesure du débit.

30

La ligne de dérivation peut par ailleurs comprendre une pompe, généralement disposée en amont du moyen de mesure du débit.

35

Selon un premier mode de réalisation du dispositif, chaque secteur de plateau distributeur peut comporter une chambre, le nombre de lits dans la colonne étant pair et le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  étant impair, la ligne

de dérivation ( $L_{1,2}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_1$  à celles du plateau distributeur  $P_2$ , la ligne de dérivation ( $L_{3,4}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_3$  à celles du plateau distributeur  $P_4$  et la ligne de dérivation ( $L_n$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_n$  à la ligne de recyclage du fluide principal du dernier lit vers le premier lit.

Selon une autre variante, le nombre de lits étant pair, le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  étant impair, la ligne de dérivation relie la ligne de recyclage du fluide principal aux chambres de distribution du plateau distributeur  $P_1$ , la ligne de dérivation  $L_{2,3}$  relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_2$  à celles du plateau distributeur  $P_3$ , et la ligne de dérivation ( $L_{n-1,n}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_{n-1}$  à celles du plateau distributeur  $P_n$ .

Selon une autre variante, le nombre de lits étant impair, le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  étant pair, la ligne de dérivation ( $L_{1,2}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_1$  à celles du plateau distributeur  $P_2$ , la ligne de dérivation ( $L_{3,4}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_3$  à celles du plateau distributeur  $P_4$  et la ligne de dérivation ( $L_{n+1,n}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_{n+1}$  à celles du plateau distributeur  $P_n$ .

Il peut être avantageux que la ligne de dérivation relie les chambres d'un plateau  $P_i$  à celles d'un plateau  $P_{i+2}$ . Dans ce cas, les chambres du plateau  $P_1$  peuvent être reliées à celles du plateau  $P_2$  par la ligne de dérivation, ou bien les chambres du plateau  $P_{n-1}$  peuvent être reliées à celles du plateau  $P_n$  par la ligne de dérivation.

Selon un deuxième mode avantageux de réalisation de dispositif, chaque plateau distributeur  $P_i$  de la colonne peut comprendre deux chambres de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier fluide, une seconde adaptée à recevoir un second fluide et dans lequel une première ligne de dérivation relie les premières chambres d'un plateau  $P_i$  aux deuxièmes chambres d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation relie les premières chambres du plateau  $P_{i+1}$  aux deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+2}$  et ainsi de suite.

Selon une autre variante, lorsque le plateau distributeur  $P_i$  comprend deux chambres de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier

fluide et une seconde adaptée à recevoir un second fluide, une première ligne de dérivation peut relier les premières chambres d'un plateau  $P_i$  aux premières chambres d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation relie les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  aux deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ .

5

Selon un troisième mode de réalisation du dispositif, chaque plateau distributeur  $P_i$  de la colonne peut comprendre quatre chambres de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier fluide (extrait), une seconde adaptée à recevoir un second fluide (raffinat), une troisième adaptée à recevoir un troisième fluide (désorbant) et une quatrième adaptée à recevoir un quatrième fluide (charge). Une première ligne de dérivation relie les premières chambres d'un plateau  $P_i$  aux troisièmes chambres d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation relie les deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$  aux quatrièmes chambres d'un plateau  $P_{i+1}$ .

15

L'invention concerne enfin l'utilisation du dispositif pour la séparation de paraxylène dans un mélange de xyliènes.

L'invention sera mieux comprise au vu des figures illustrant de manière schématique des modes de réalisation préférée du dispositif, parmi lesquelles :

– la figure 1 montre au niveau d'un secteur une coupe longitudinale d'une colonne d'adsorbant, à lit mobile simulé, à nombre pair de lits et à nombre impair de plateaux distributeurs à une seule chambre de distribution par secteur, comprenant des lignes de dérivation de flux contrôlé selon l'invention,

– la figure 2 illustre deux plateaux divisés en secteurs de plateaux reliés entre eux par la ligne de dérivation selon l'invention.

– la figure 3 montre une coupe longitudinale d'une colonne où chaque distributeur comporte par secteur deux chambres de distribution.

– la figure 4 représente une coupe longitudinale d'une colonne où chaque distributeur comporte par secteur quatre chambres de distribution.

On représente selon la figure 1 une colonne 1 chromatographique cylindrique contenant une pluralité de lits  $A_n$  d'un adsorbant, du tamis moléculaire zéolithique BaX par exemple.

Du fluide principal est soutiré de l'extrémité inférieure de la colonne par une ligne 2 pour être recyclé par une pompe 3 et une ligne 4 à l'extrémité supérieure

de cette colonne où il est introduit dans le lit supérieur A<sub>1</sub>, d'adsorbant par des lignes 5.

Pour la séparation de paraxylène à partir d'une charge de xylènes, on dispose généralement de deux colonnes de douze lits chacune, les vingt-quatre lits étant divisés en au moins quatre zones, chaque zone étant délimitée par une injection d'un fluide de l'extérieur de la colonne (du désorbant ou de la charge par exemple) et un soutirage d'un autre fluide (extrait ou raffinat par exemple). Par exemple, cinq lits sont réservés à la zone I, 9 lits à la zone II, 7 lits à la zone III et 3 lits à la zone IV. Sous le lit A<sub>1</sub> se situe le plateau distributeur P<sub>1</sub> de fluide devant traverser le lit suivant.

Chaque plateau distributeur P<sub>1</sub> selon la figure 2 est divisé en secteurs de plateaux P<sub>10</sub>, P<sub>11</sub>, P<sub>12</sub>, P<sub>13</sub>, P<sub>14</sub>, P<sub>15</sub>, délimités par des parois 28 soit radiales, comme indiqué sur la figure, soit sensiblement parallèles à un diamètre de la colonne. Chaque secteur comporte une chambre de distribution C<sub>i</sub> de fluide, de forme longitudinale, soit pour l'introduction de fluide secondaire, soit pour le soutirage de fluide secondaire comme indiqué ci-dessous et chaque chambre est connectée via une ligne 29 à une ligne 140. Cette ligne située à l'intérieur ou à l'extérieur de la colonne récupère les fluides de toutes les chambres et est reliée à une ligne de transfert 10 de fluide secondaire.

Chaque plateau distributeur P<sub>i</sub> est situé entre deux lits d'adsorbant. Chaque secteur de plateau P<sub>10</sub>, à P<sub>15</sub> représenté schématiquement sous forme angulaire sur la figure 1 comporte une grille supérieure 6 supportant le lit supérieur d'adsorbant A<sub>1</sub>, sensiblement perpendiculaire à l'axe de la colonne et permettant l'écoulement et la collecte de fluide du lit A<sub>1</sub>. Il comprend par ailleurs deux déflecteurs non perforés 7 plats disposés sur un même plan horizontal, entre lesquels on dispose un espace 8 de circulation du fluide. Une grille inférieure 9 sous les déflecteurs 7 permet de répartir uniformément le fluide dans le lit inférieur d'adsorbant.

Au niveau de chaque plateau distributeur P<sub>i</sub>, la ligne de transfert de fluide secondaire 10, 20 connectée à au moins quatre lignes de transfert de fluides secondaires non représentées sur la figure 1 (ligne d'injection de charge, ligne d'injection de désorbant, ligne de soutirage d'un extrait et ligne de soutirage d'un raffinat) comprenant chacune d'elles une vanne séquentielle, représentée symboliquement par la vanne 11, 21. L'ensemble des dites vannes sont connectées à des moyens de permutation séquentielle adaptés à faire avancer périodiquement chaque point d'injection de fluide secondaire ou de soutirage de

fluide secondaire d'un lit dans le sens de circulation du fluide principal, c'est-à-dire du haut vers le bas. On dispose ainsi d'un lit mobile simulé fonctionnant à contre-courant.

- Chaque chambre  $C_i$ , (13, 23, 33, 43) de distribution du fluide secondaire 5 comporte dans sa partie inférieure des orifices 18 avantageusement disposés au-dessus de l'espace de circulation 8, par lesquels s'écoule le fluide secondaire pour être soit introduit dans le lit suivant après avoir été mélangé au fluide principal ayant traversé le lit principal, soit pour être soutiré par la ligne de transfert appropriée.
- 10 Les chambres de distribution 13 du plateau  $P_1$  sont reliées aux chambres de distribution 23 du plateau distributeur  $P_2$  situé entre les lits  $A_2$  et  $A_3$  d'adsorbant, via une ligne de dérivation  $L_{1,2}$ . Le volume de fluide qui traverse les chambres 13, la partie de la ligne de transfert 10 jusqu'à la ligne de dérivation, la ligne de dérivation  $L_{1,2}$ , la partie de la ligne de transfert 20 communiquant 15 avec les chambres de distribution 23 du plateau  $P_2$  ainsi que les dites chambres 23 est bien connu.

- Chaque ligne de dérivation ( $L_{1,2}$ ,  $L_{3,4}$ , ...) comporte un débitmètre, une vanne 15 de contrôle de débit asservie au débitmètre et un clapet anti-retour 16 en aval adapté à la seule circulation du fluide des chambres 13 vers les 20 chambres 23. Une pompe 17 permet éventuellement de suppléer à l'insuffisance de perte de charge entre les chambres des deux plateaux.

- Le dispositif à une seule chambre de distribution par secteur de plateau distributeur fonctionne de la façon suivante : durant la période de soutirage d'un extrait par la ligne 10, on ouvre la vanne 11, on soutire l'extrait par les 25 chambres 13 du plateau  $P_1$ , le clapet anti-retour 16 interdit toute circulation du fluide dans la ligne de circulation  $L_{1,2}$ . Durant la période suivante, la vanne 11 étant fermée, on soutire de l'extrait du plateau  $P_{i+1}$  via les chambres 23 et du plateau  $P_i$  via les chambres 13, la vanne 21 étant ouverte et la circulation de l'extrait dans la ligne de dérivation étant rétablie avec un débit tel qu'indiqué 30 précédemment. On procéderait de la même façon pour le soutirage du raffinat sur les plateaux  $P_j$  et  $P_{j+1}$  durant le cycle.

- Durant la période d'injection de charge au cours du cycle, on introduit une partie de la charge dans le plateau  $P_k$  via les chambres de distribution 13 et la ligne de transfert 10 de charge et l'autre partie, mineure, dans le plateau  $P_{k+1}$  35 via la ligne de dérivation, la ligne 20 et les chambres 23, la vanne 11 étant ouverte et la vanne 21 étant fermée.

Durant la période suivante, on ferme la vanne 11, on ouvre la vanne 21, on envoie la totalité de la charge dans les chambres 23 du plateau distributeur  $P_{k+1}$ , le débit de la ligne de dérivation est annulé par le clapet anti-retour. On procéderait de la même façon pour l'introduction de désorbant sur les plateaux  $P_i$  et  $P_{i+1}$  durant le cycle.

- 5 Sur le plateau  $P_i$  et  $P_{i+1}$  qui ne reçoivent aucun fluide secondaire (ni injection de charge ou de désorbant, ni soutirage d'extrait ou de raffinat), les vannes 11, 21 sur les lignes de transfert 10 et 20 sont fermées et le fluide principal provenant du lit  $A_1$  est rassemblé dans les déflecteurs 7 et s'écoule à
- 10 travers l'espace de circulation 8. Une partie circule à travers les orifices des chambres 13 du plateau  $P_i$ , balaie les chambres 13, les lignes de transfert 29, la ligne 140, la ligne de transfert 10, la ligne de dérivation  $L_{1,2}$  et atteint sous débit contrôlé par l'intermédiaire du débitmètre 14 et de la vanne 15 asservie au débitmètre la ligne de transfert 20 du fluide. Le clapet anti-retour 16 reste
- 15 ouvert. Le fluide est introduit à la fin d'une période dans les chambres 23 du plateau  $P_{i+1}$ , qui sont ainsi balayées par un fluide ayant sensiblement la même composition que celle du fluide, ayant traversé durant la période le lit  $A_2$ , qui circule dans l'espace de circulation 8. Le fluide des chambres 23 est évacué par les orifices 18 dans l'espace de circulation 8 où il est mélangé avec celui qui a
- 20 traversé le lit précédent.

La figure 3 illustre un secteur  $P_{10}$  d'un plateau distributeur  $P_1$  comportant deux chambres 13a, 13b de distribution d'un fluide ayant de plus le rôle de déflecteurs de fluide, avec les mêmes références pour les mêmes moyens que celles des figures 1 et 2. Leurs orifices se font face au niveau de l'espace 8. Les premières chambres 13a sont adaptées à recevoir un premier fluide et les deuxièmes chambres 13b sont adaptées à recevoir un deuxième fluide. Les lignes de connexion de toutes les premières chambres 13a d'un même plateau de distribution  $P_1$  sont reliées à la ligne de transfert 10a d'un fluide. Cette ligne de transfert 10a du plateau  $P_1$  communique avec la ligne de transfert 20a du plateau  $P_2$  par la ligne de dérivation  $L_{1,2}$  comprenant les moyens 14, 15, 16 et éventuellement 17 mentionnés dans les figures 1 et 2. La ligne 20a est connectée à toutes les deuxièmes chambres 23b du plateau  $P_2$ .

Les premières chambres 23a correspondant aux secteurs du plateau distributeur  $P_2$  sont connectées par une ligne de dérivation  $L_{2,3}$  sensiblement identique à la ligne  $L_{1,2}$  et par une ligne de transfert 30b, aux deuxièmes

chambres 33b du plateau distributeur P<sub>3</sub>. Pendant une période du cycle où l'on effectue un soutirage, on soutire par exemple de l'extrait des premières chambres 23a du plateau P<sub>2</sub>, le débit de la ligne de dérivation alimentant le plateau P<sub>3</sub> est annulé par le clapet anti-retour et on introduit dans les secondes 5 chambres 23b du plateau P<sub>2</sub> du fluide provenant des premières chambres du plateau P<sub>1</sub>, le clapet anti-retour étant ouvert, les vannes 11a et 21a étant fermées.

Le soutirage du raffinat peut s'effectuer dans les mêmes conditions.

Pendant la période du cycle où l'on effectue l'introduction de désorbant ou 10 de la charge, on introduit de l'extérieur de la colonne, de la charge par exemple dans les secondes chambres 23b d'un plateau P<sub>2</sub>, la vanne 21a étant ouverte, le clapet antiretour étant fermé dans la ligne de dérivation L<sub>1</sub>, 2 et on soutire des premières chambres du plateau P<sub>2</sub> du fluide que l'on introduit dans les secondes chambres du plateau P<sub>3</sub> via la ligne de dérivation L<sub>2</sub>, 3, les vannes 15 21 b et 21 b étant fermées.

En-dehors des points de soutirage ou d'introduction sur les dites chambres de la colonne, on soutire le fluide des premières chambres du plateau P<sub>1</sub>, la vanne 11a étant fermée et on l'introduit grâce à la ligne L<sub>1,2</sub> sous débit contrôlé, dans les secondes chambres du plateau P<sub>2</sub>, la vanne 21a étant 20 fermée.

La figure 4 illustre un plateau distributeur P<sub>1</sub> de fluide avec quatre chambres indépendantes 13a, 13b, 13c et 13d par secteur ayant de plus le rôle de déflecteur de fluide. Les mêmes moyens des figures 1 et 2 ont les mêmes 25 fonctions et les mêmes références.

Les deuxièmes chambres 13a sont adaptées à recevoir le raffinat. Elles sont reliées à la vanne 11a par la ligne de transfert 10a.

Les quatrièmes chambres 13b sous les deuxièmes sont adaptées à recevoir la charge.

30 La ligne de transfert 10b et sa vanne 11b l'alimentent.

Les premières chambres 13c sur le même plan que les deuxièmes sont adaptées à recevoir de l'extrait.

La ligne de transfert 10c et sa vanne 11c permettent de le soutirer vers l'extérieur de la colonne.

35 Les troisièmes chambres 13d sous la première sont adaptées à recevoir du désorbant.

La ligne de transfert 20d et sa vanne 11d l'alimentent. Leurs orifices 18 sont ouverts dans l'espace de circulation 8.

Au niveau de chaque secteur du plateau P<sub>2</sub>, on rencontre les mêmes chambres 23a, 23b, 23c et 23d dans les mêmes positions que précédemment 5 ainsi que les organes qui leur sont rattachés.

Les deuxièmes chambres 13a du plateau P<sub>1</sub> sont raccordées aux quatrièmes chambres 23b du plateau P<sub>2</sub> par la ligne de dérivation L<sub>2,4</sub> et les premières chambres du plateau P<sub>1</sub> sont connectées aux troisièmes chambres du plateau P<sub>2</sub> par la ligne de dérivation L<sub>1,3</sub>.

10 En dehors des périodes de soutirage de fluide (extrait ou raffinat) et d'introduction de fluide (charge, désorbant), on soutire le fluide des premières chambres 13c et des deuxièmes chambres 13a du plateau P<sub>1</sub> pour l'introduire respectivement dans les troisièmes 23d et quatrièmes chambres 23b du plateau P<sub>2</sub> et ainsi de suite.

15 Les chambres 13d et les chambres 13b du plateau P<sub>1</sub> sont alimentées à partir du fluide principal (ligne 4) recyclé par la pompe de recyclage 3 (voir figure 1), les vannes 11a, 11b, 11c et 11d ainsi que les vannes 21a, 21b, 21c et 21d sont fermées.

20 Durant une période du cycle relative au soutirage de l'extrait, on soutire de l'extrait des premières chambres 23c du plateau P<sub>2</sub>, on annule le débit de fluide de la ligne L<sub>1,3</sub> alimentant les troisièmes chambres 33d du plateau P<sub>3</sub>, les troisièmes et quatrièmes chambres du plateau P<sub>2</sub> recevant respectivement du fluide des premières et deuxièmes chambres du plateau P<sub>1</sub> via la ligne de 25 dérivation correspondante.

Durant une période de cycle relative au soutirage du raffinat, plus généralement, on soutire du raffinat des deuxièmes chambres d'un plateau P<sub>i</sub>, on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation L<sub>2,4</sub> alimentant les 30 quatrièmes chambres du plateau P<sub>i+1</sub>, les troisièmes et quatrièmes chambres du plateau P<sub>i</sub> recevant respectivement du fluide des premières et deuxièmes chambres du plateau précédent P<sub>i-1</sub> via la ligne de dérivation correspondante.

Durant une période du cycle relative à l'introduction du désorbant, on introduit de l'extérieur de la colonne du désorbant dans les troisièmes chambres 35 d'un plateau P<sub>i</sub>, on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les troisièmes chambres du plateau P<sub>i</sub>, les premières et deuxièmes chambres

du plateau  $P_i$  recevant du fluide alimentant respectivement les troisièmes et les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation et les quatrièmes chambres du plateau suivant  $P_i$  recevant du fluide des deuxièmes chambres du plateau précédent  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation correspondante.

- 5      Durant une période du cycle relative à l'introduction de la colonne de la charge dans les quatrièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les quatrièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , les premières et deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  alimentant respectivement les troisièmes et quatrième chambres du plateau suivant  $P_{i+1}$  via
- 10     la ligne de dérivation et les troisièmes chambres du plateau  $P_i$  recevant du fluide des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.

**Revendications**

1. Procédé de séparation chromatographique d'une charge dans un dispositif en lit mobile simulé comprenant au moins une colonne remplie d'un adsorbant, la colonne comprenant une pluralité de lits (A<sub>1</sub> à A<sub>n</sub>) d'adsorbant, un plateau distributeur (P<sub>i</sub>) de fluide entre chaque lit, chaque plateau distributeur étant divisé en une pluralité de secteurs (P<sub>10</sub>, P<sub>11</sub>, P<sub>12</sub>), chaque secteur de plateau distributeur (P<sub>i</sub>) comprenant au moins une chambre (13) de distribution percée d'orifices (18) et un espace (8) de circulation de fluide au voisinage des dits orifices de la chambre, la dite chambre étant connectée à une ligne (10) de transfert s'étendant entre la chambre et un point situé à l'extérieur de la colonne, on effectue durant une période T du cycle, une injection de la charge, un soutirage d'un raffinat, une injection de désorbant et un soutirage d'un extrait dans et depuis une chambre de distribution appartenant à des plateaux différents, le procédé étant caractérisé en ce qu'on fait circuler en permanence à un débit approprié un volume de fluide circulant dans la colonne dans une ligne de dérivation (L<sub>1</sub>, 2) reliant les chambres d'un plateau distributeur P<sub>i</sub> vers les chambres d'un autre plateau distributeur en aval P<sub>i+j</sub>, distant d'au moins un lit, pendant au moins une période T du cycle, la période T correspondant au temps de circulation du fluide dans un lit d'adsorbant, les dites chambres de distribution ne recevant pendant la dite période ni l'injection de charge de désorbant ni le soutirage d'un raffinat ou d'un extrait, le débit de fluide circulant dans la ligne de dérivation et dans les chambres étant ajusté de telle façon qu'on balaie les dites chambres de circulation par un fluide ayant sensiblement la même composition que celle du fluide circulant à travers l'espace de circulation au niveau de chacune des chambres des plateaux P<sub>i</sub> et P<sub>i + j</sub>.  
30
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les dites chambres de plateaux distributeurs sont séparées par un lit d'adsorbant.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le débit de fluide circulant dans la ligne de dérivation est le quotient du volume disponible dans les chambres de distributions concernées et la ligne de dérivation  
35

divisé par la période du cycle, plus ou moins 50 % et de préférence plus ou moins 15 %.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel les dites chambres de plateaux distributeurs sont séparées par deux lits 5 d'adsorbants.

5. Procédé selon la revendication 4, dans lequel le débit de fluide circulant dans la ligne de dérivation est le quotient du volume disponible dans les chambres de distribution et la ligne de dérivation divisé par deux fois la 10 période du cycle, plus ou moins 50 % et de préférence plus ou moins 15 %.

15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel on annule, pendant une période, le débit du fluide circulant dans la ligne de dérivation entre les plateaux de distribution  $P_i$  et  $P_{i+1}$ , lorsque les chambres du plateau distributeur  $P_i$  reçoivent l'injection de charge ou de désorbant ou de tout autre fluide (flush-in) ou le soutirage de raffinat ou d'extrait ou de tout autre fluide (flush out).

20. 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel, durant la période de soutirage d'un extrait ou d'un raffinat, sur un plateau distributeur donné ne comportant qu'une seule chambre par secteur, on soutire l'extrait ou le raffinat du plateau  $P_i$ , le débit de dérivation étant annulé (par le clapet anti-retour) et durant la période suivante, on soutire de l'extrait ou du raffinat du plateau  $P_{i+1}$  et du plateau  $P_i$ , la circulation de 25 fluide dans la ligne de dérivation étant rétablie.

30. 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 et 7, dans lequel durant la période d'injection de charge ou du désorbant, on introduit une partie de la charge ou du désorbant dans un plateau approprié  $P_i$  via la ligne de dérivation et durant la période suivante, on envoie la totalité de la charge dans le plateau distributeur suivant  $P_{i+1}$ , le débit de dérivation étant annulé (par le clapet anti-retour).

35. 9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel chaque secteur de plateau distributeur comprend deux chambres (13a, 13b) de

distribution, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait ou de raffinat et une seconde destinée à recevoir une introduction de charge ou de désorbant et dans lequel, en dehors des périodes de soutirages d'extrait et de raffinat et d'introduction de charge et de désorbant sur les dites chambres, on soutire le fluide des premières chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire, grâce à la ligne de dérivation, dans les deuxièmes chambres du plateau distributeur  $P_{i+1}$ .

- 5        10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel pendant une période, on soutire de l'extrait ou du raffinat des premières chambres, d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  et on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  du fluide provenant des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.
- 15        11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel chaque secteur de plateau distributeur comprend deux chambres de distribution, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait, une seconde destinée à recevoir une introduction de charge ou de désorbant ou un soutirage de raffinat et dans lequel en dehors des périodes de soutirage d'extrait et de raffinat et d'introduction de charge et de désorbant sur les dites chambres, on soutire le fluide des premières chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire grâce à la ligne de dérivation, dans les deuxièmes chambres du plateau distributeur  $P_{i+1}$ .
- 20        12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel, pendant une période, on soutire de l'extrait des premières chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  et on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  du fluide provenant des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation.
- 25        13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, dans lequel pendant une période, on soutire du raffinat des deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on soutire du fluide des premières chambres du plateau  $P_{i-1}$  via la ligne de dérivation entre les plateaux  $P_{i-1}$  et  $P_i$  et on introduit du fluide provenant
- 30
- 35

des premières chambres du plateau  $P_i$  dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation entre les plateaux  $P_i$  et  $P_{i+1}$ .

14. Procédé selon l'une des revendications 9 à 13, dans lequel, pendant une période du cycle, on introduit de l'extérieur de la colonne, de la charge ou du désorbant dans les deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$ , et on soutire des premières chambres du plateau  $P_i$  du fluide que l'on introduit dans les deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  via la ligne de dérivation.
15. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel chaque secteur de plateau distributeur comprend quatre chambres de distribution, une première destinée à recevoir un soutirage d'extrait, une deuxième destinée à recevoir un soutirage de raffinat, une troisième destinée à recevoir une introduction de désorbant et une quatrième destinée à recevoir une introduction de charge et dans lequel on soutire le fluide des premières chambres et des deuxièmes chambres d'un plateau distributeur  $P_i$  pour l'introduire respectivement dans les troisièmes et les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$  en dehors des périodes de soutirage d'extrait ou de raffinat et d'introduction de désorbant ou de charge sur le dit plateau  $P_i$ .
16. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 et 15, dans lequel durant une période du cycle on soutire de l'extrait des premières chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les troisièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ , les autres chambres recevant du fluide conformément à la revendication 15.
17. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 et 15 à 16, dans lequel durant une période du cycle, on soutire du raffinat des deuxièmes chambres d'un plateau distributeur  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les quatrièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ , les autres chambres recevant du fluide conformément à la revendication 15.
18. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 et 15 à 17, dans lequel durant une période du cycle on introduit de l'extérieur de la colonne, du

désorbant dans les troisièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les troisièmes chambres du plateau  $P_i$ , les autres chambres recevant du fluide conformément à la revendication 15.

5

19. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 et 15 à 18 dans lequel durant une période du cycle, on introduit de l'extérieur de la colonne, de la charge dans les quatrièmes chambres d'un plateau  $P_i$ , on annule le débit de fluide de la ligne de dérivation alimentant les quatrièmes chambres, les autres chambres recevant du fluide conformément à la revendication 15.

10

20. Dispositif de séparation chromatographique d'une charge en lit mobile simulé comprenant au moins une colonne remplie d'un adsorbant, la colonne comprenant une pluralité de lits ( $A_1, A_n$ ), un plateau distributeur  $P_i$

15

de fluide entre chaque lit, chaque plateau distributeur étant divisé en une pluralité de secteurs ( $P_{10}, P_{11}, P_{12}$ ) de plateaux distributeurs, chaque secteur de plateau distributeur comprenant au moins une chambre (13) de distribution percée d'orifices (18) et un espace (8) de circulation de fluide au voisinage des dits orifices de la chambre, la dite chambre étant

20

connectée à une ligne de transfert (10) s'étendant entre la chambre et un point situé à l'extérieur de la colonne, le dispositif étant caractérisé en ce que la ligne de transfert (10) relative aux chambres de distribution d'un plateau  $P_i$  est reliée par une ligne de dérivation ( $L_1, 2$ ) (bypass) à la ligne de transfert (20) relative aux chambres de distribution d'un autre plateau  $P_i + j$  disposé en aval (par rapport au sens d'avancement des permutations des lignes de transfert) et en ce que la ligne de dérivation comporte des moyens (14, 15, 16) de contrôle et d'ajustement du débit de fluide y circulant, de telle sorte que les chambres de distribution soient balayées

25

par un fluide qui a sensiblement la même composition que celle du fluide circulant à travers l'espace de circulation au niveau de chacune des dites chambres.

30

21. Dispositif selon la revendication 20 dans lequel les moyens de contrôle et d'ajustement de débit de fluide comportent un clapet anti-retour. (16)

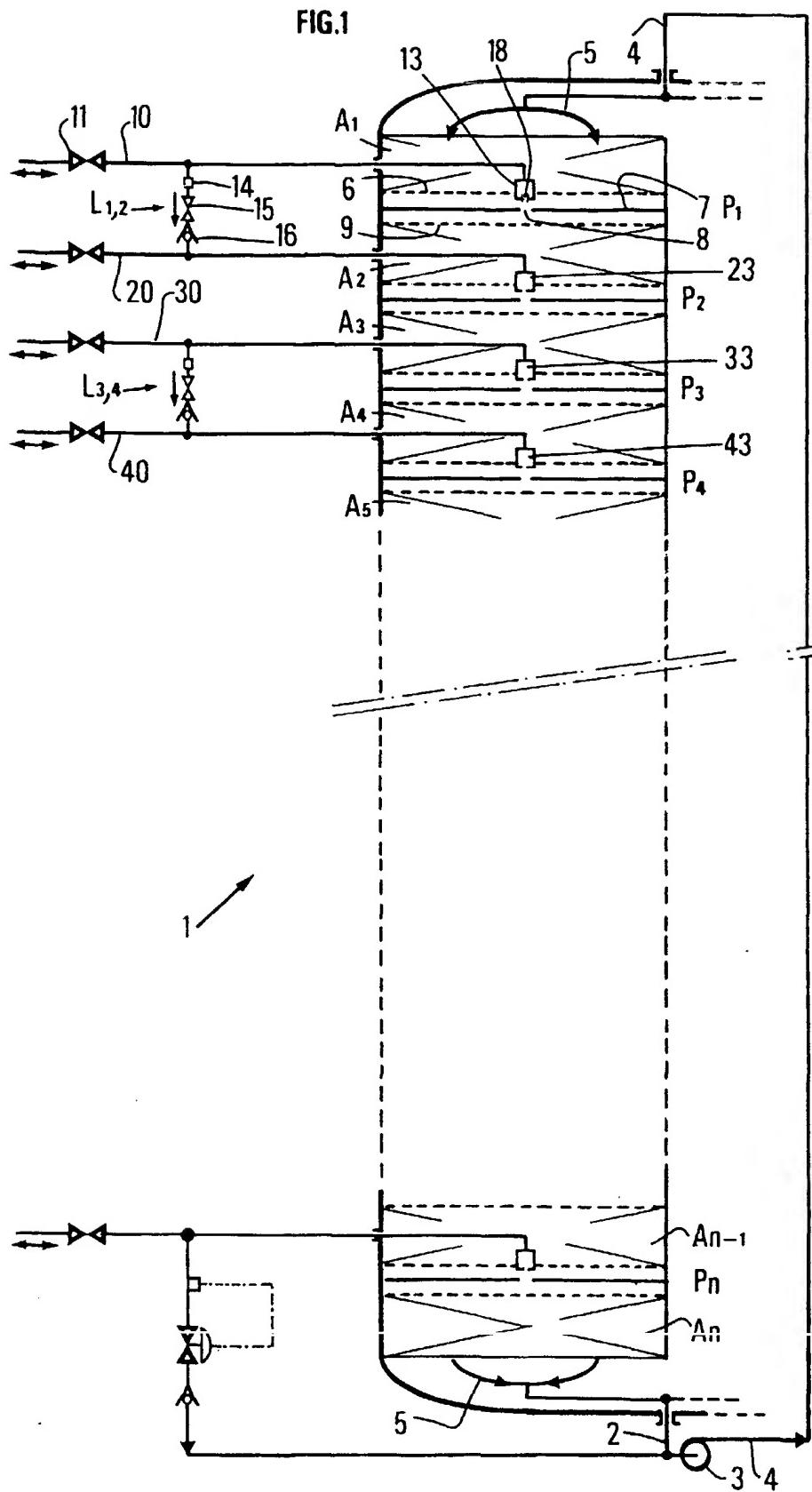
35

22. Dispositif selon la revendication 20 ou 21, dans lequel les dits moyens de contrôle et d'ajustement du débit comprennent un moyen de mesure de débit et une vanne de réglage de débit, éventuellement asservie au moyen de mesure de débit.
- 5
23. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 22, dans lequel la ligne de dérivation comprend une pompe. (17)
- 10
24. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23, dans lequel le nombre de lits est pair, le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  est impair, la ligne de bypass ( $L_{1,2}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_1$  à celles du plateau distributeur  $P_2$ , la ligne de dérivation ( $L_{3,4}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_3$  à celle du plateau distributeur  $P_4$  et la ligne de dérivation ( $L_n$ ) relie la chambre de distribution du plateau distributeur  $P_n$  à la ligne de recyclage (2, 4) du fluide principal du dernier lit  $A_n$  vers le premier lit  $A_1$ .
- 15
25. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23 dans lequel le nombre de lits est pair, le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  est impair, la ligne de dérivation relie la ligne de recyclage du fluide principal à la chambre de distribution du plateau distributeur  $P_1$ , la ligne de dérivation  $L_{2,3}$  relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_2$  à celles du plateau distributeur  $P_3$ , et la ligne de dérivation ( $L_{n-1,n}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_{n-1}$  à celles du plateau distributeur  $P_n$ .
- 20
26. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23, dans lequel le nombre de lits est impair, le nombre de plateaux distributeurs  $P_n$  est pair, la ligne de dérivation ( $L_{1,2}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_1$  à celles du plateau distributeur  $P_2$ , la ligne de dérivation ( $L_{3,4}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_3$  à celles du plateau distributeur  $P_4$  et la ligne de dérivation ( $L_{n+1,n}$ ) relie les chambres de distribution du plateau distributeur  $P_{n+1}$  à celles du plateau distributeur  $P_n$ .
- 25
- 30
27. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23 dans lequel la ligne de dérivation relie les chambres d'un plateau  $P_i$  à celles d'un plateau  $P_{i+2}$ .
- 35

28. Dispositif selon la revendication 27 dans lequel la ligne de dérivation relie les chambres d'un plateau  $P_1$  à celles du plateau  $P_2$  ou les chambres du plateau  $P_{n-1}$  à celles du plateau  $P_n$ .
- 5     29. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23 dans lequel chaque secteur de plateau distributeur  $P_i$  comprend deux chambres (13a, 13b) de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier fluide, une seconde adaptée à recevoir un second fluide et dans lequel une première ligne (L1, 2) de dérivation relie les premières chambres (13a) d'un plateau  $P_i$  aux deuxièmes chambres (23b) d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation (L23) relie les premières chambres (23a) du plateau  $P_{i+1}$  aux deuxièmes chambres (33b) du plateau  $P_{i+2}$  et ainsi de suite.
- 10    15    30. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23, dans lequel chaque secteur de plateau de distribution  $P_i$  comprend deux chambres (13a, 13b) de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier fluide et une seconde adaptée à recevoir un second fluide et dans lequel une première ligne de dérivation relie les premières chambres d'un plateau  $P_i$  aux premières chambres d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation relie les deuxièmes chambres du plateau  $P_i$  aux deuxièmes chambres du plateau  $P_{i+1}$ .
- 20    25    31. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 23, dans lequel chaque secteur de plateau distributeur  $P_i$  comprend quatre chambres de distribution de fluide, une première adaptée à recevoir un premier fluide (extrait), une seconde adaptée à recevoir un second fluide (raffinat), une troisième adaptée à recevoir un troisième fluide (désorbant) et une quatrième adaptée à recevoir un quatrième fluide (charge) et dans lequel une première ligne de dérivation relie les premières chambres d'un plateau  $P_i$  aux troisièmes chambres d'un plateau  $P_{i+1}$  et une seconde ligne de dérivation relie les deuxièmes chambres d'un plateau  $P_i$  aux quatrièmes chambres d'un plateau  $P_{i+1}$ .
- 30    35    32. Utilisation du dispositif selon l'une des revendications 20 à 31 pour la séparation de paraxylène dans un mélange de xylènes.

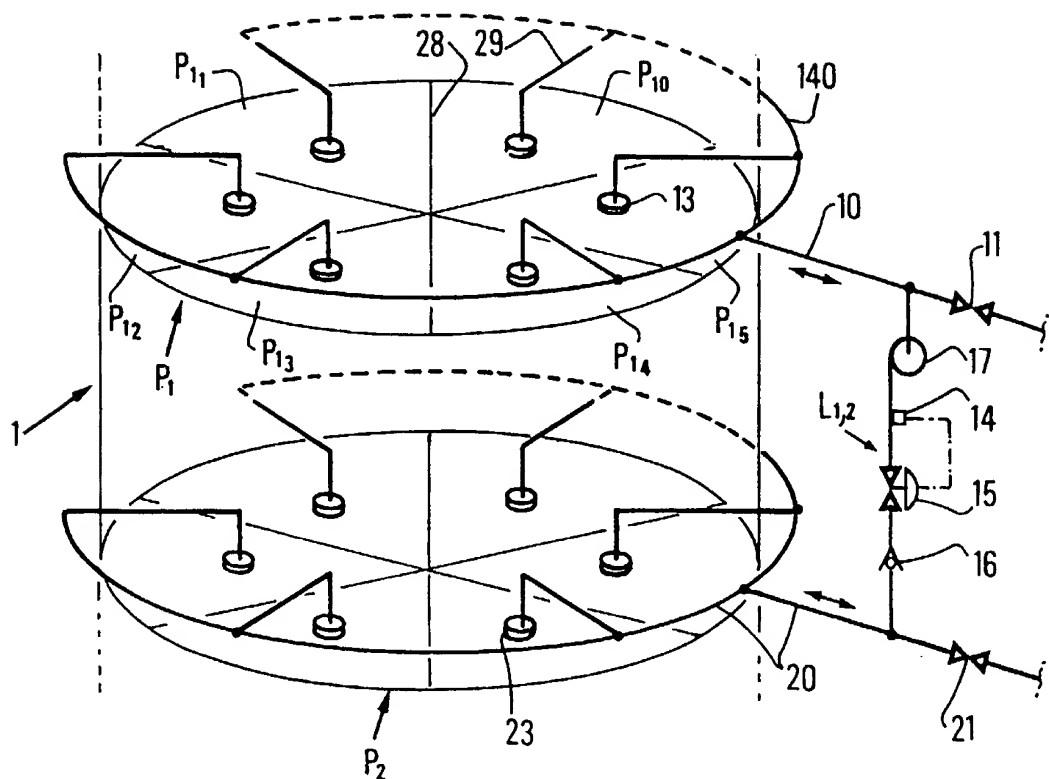
1/4

**FIG.1**



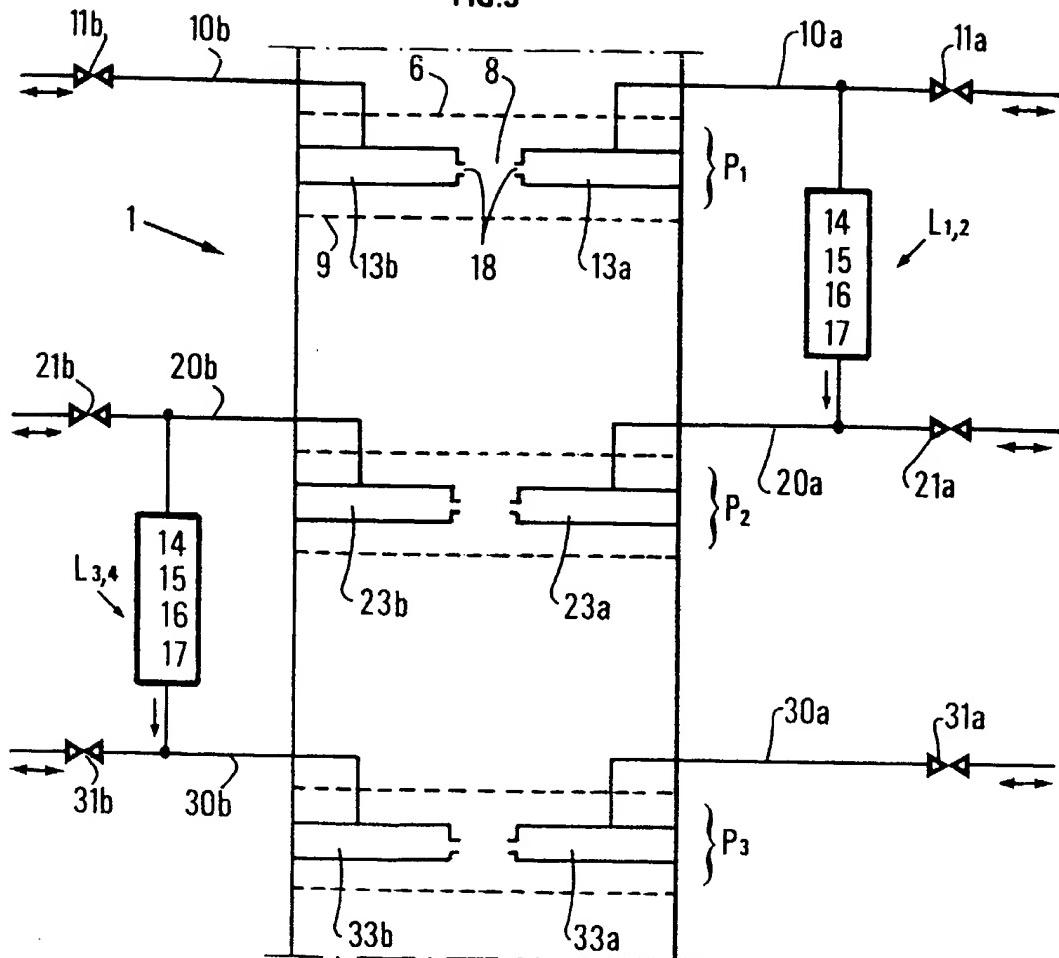
2/4

FIG.2

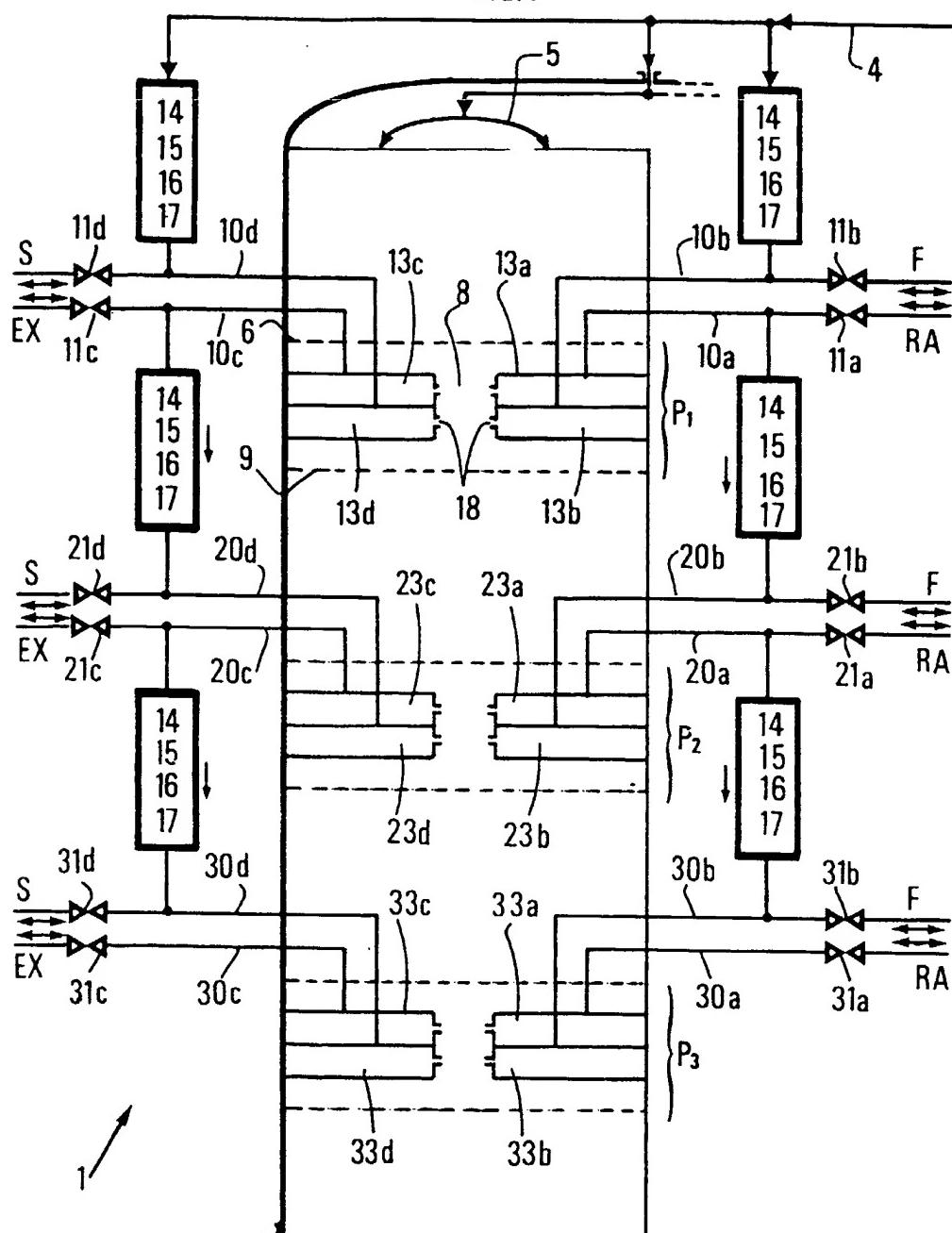


3/4

FIG.3



4/4 FIG.4



INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 552184  
FR 9716273

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée	
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	US 3 268 605 A (D.M.BOYD, JR) 23 août 1966 * le document en entier *	1,20	
A,D	EP 0 769 316 A (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) 23 avril 1997 * revendication 1; figure 1 *	20	
A,D	US 2 985 589 A (D.B.BROUGHTON ET AL.) 23 mai 1961 * revendication 1; figure 1 *	1	
DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)			
B01D			
1	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	
	9 octobre 1998	Bertram, H	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non écrite P : document intercalaire			